

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/CASME

团 体 标 准

T/CASME XXXX—XXXX

印刷电路板用纳米合金复合低温浆料技术 要求

Technical requirements for nano-alloy composite low-temperature paste for printed
circuit boards

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国中小商业企业协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	2
5 试验方法	3
6 检验规则	4
7 标志、包装、运输和贮存	6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

印刷电路板用纳米合金复合低温浆料技术要求

1 范围

本文件规定了印刷电路板用纳米合金复合低温浆料的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于印刷电路板用纳米合金复合低温浆料的生产制备。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 17473.1 微电子技术用贵金属浆料测试方法 固体含量测定
- GB/T 17473.2 微电子技术用贵金属浆料测试方法 细度测定
- GB/T 17473.3 微电子技术用贵金属浆料测试方法 方阻测定
- GB/T 17473.4 微电子技术用贵金属浆料测试方法 附着力测定
- GB/T 17473.5 微电子技术用贵金属浆料测试方法 粘度测定
- GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 22588 闪光法测量热扩散系数或导热系数
- T/CASAS 018—2021 微纳米金属烧结连接件 剪切强度试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米合金复合低温浆料 nano-alloy composite low-temperature paste

由纳米尺度的金属或合金粉末、有机载体和添加剂等组成的复合材料，具有较低的烧结温度，可用于印刷电路板的导电连接、电磁屏蔽等。

3.2

粘度 viscosity

液体流动时，分子间互相牵引而形成的阻力。

3.3

固含量 solid content

指浆料中固体成分所占的质量百分比。

3.4

细度 fineness

指浆料中纳米金属颗粒及其团聚体的物理尺寸大小和分布的均匀性。

3.5

触变指数 thixotropic index

指浆料在剪切作用下粘度随时间变化的可逆特性。

3.6

密度 density

指浆料单位体积的质量。

3.7

挥发物 volatile matter

指浆料在预烘或烧结过程中，受热挥发的有机溶剂、分散剂及其他添加剂等非固体组分。

3.8

方阻 sheet resistance

指在单位厚度与单位面积条件下，浆料烧结形成的导电膜层对平面方向电流的阻碍能力，以其在 Ω/sq 量级的数值表征膜层二维导电性能。

3.9

附着力 adhesion

指浆料烧结后与基板之间的结合力。

3.10

导热系数 thermal conductivity

指浆料烧结后在单位温度梯度下，单位时间内通过单位面积所传递的热量。

3.11

剪切强度 shear strength

指烧结后的浆料层在平行于基板方向的剪切力作用下，发生失效时所能承受的最大单位面积应力。

3.12

吸湿率 moisture absorption rate

指烧结后的浆料层在特定温湿度环境中放置规定时长后，吸收环境水分的质量占其初始质量的百分比。

3.13

回流焊测试 reflow soldering test

指将烧结后的浆料层置于模拟标准回流焊工艺的温度曲线中，评估其抗二次热冲击能力、结构完整性及电气连接可靠性的加速实验。

3.14

热应力测试 thermal stress test

指通过模拟极端温度循环或恒定高温条件，评估烧结体与基板间因热膨胀系数失配导致界面失效风险的可靠性试验。

3.15

温度循环测试 temperature cycle test

指通过连续的高低温循环冲击，评估烧结体与基板界面因热失配产生疲劳损伤的加速可靠性试验。

4 技术要求

4.1 烧结前

4.1.1 外观

纳米合金复合低温浆料应为均匀、无结块、无异物、无分层的膏状物。

4.1.2 粘度

纳米合金复合低温浆料的粘度应达到 $(20\sim 200)\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 。

4.1.3 固含量

纳米合金复合低温浆料的固含量应达到 $\geq 75\%$ 。

4.1.4 细度

纳米合金复合低温浆料的细度应达到 $\leq 5\ \mu\text{m}$ 。

4.1.5 触变指数

纳米合金复合低温浆料的触变指数应达到 $(3\sim 13)$ 。

4.1.6 密度

纳米合金复合低温浆料的密度应达到 $\geq 2.5 \text{ g/cc}$ 。

4.1.7 挥发物

纳米合金复合低温浆料的挥发物应控制在（5~10%）。

4.2 烧结后

4.2.1 外观

纳米合金复合低温浆料烧结成膜后的膜层应连续、均匀、致密，无宏观裂纹、起泡、剥落或翘曲。

4.2.2 方阻

纳米合金复合低温浆料烧结后的电阻率应达到 $\leq 5 \text{ m}\Omega/\text{sq}$ 。

4.2.3 附着力

纳米合金复合低温浆料烧结后与基板的附着力应达到 $\geq 20 \text{ N/mm}^2$ 。

4.2.4 导热系数

纳米合金复合低温浆料烧结后的导热系数应达到 $\geq 50 \text{ W/m}\cdot\text{k}$ 。

4.2.5 剪切强度

纳米合金复合低温浆料烧结后的剪切强度应达到 $\geq 20 \text{ MPa}$ 。

4.2.6 吸湿率

纳米合金复合低温浆料烧结后的吸湿率应达到 $\leq 0.1\%$ 。

4.2.7 回流焊测试

烧结后的浆料层在经过回流焊测试后应无界面分层、裂纹、电阻变化率小于5%。

4.2.8 热应力测试

烧结后的浆料层在经过热应力测试后应无界面分层、裂纹、电阻变化率小于5%。

4.2.9 温度循环测试

烧结后的浆料层在经过温度循环测试后应无界面分层、裂纹、电阻变化率小于5%。

5 试验方法

5.1 试验环境

浆料各项指标的检测均应在温度 $15 \text{ }^\circ\text{C}\sim 35 \text{ }^\circ\text{C}$ ，相对湿度45%~75%，大气压力为86 kPa~106 kPa的环境下进行。

5.2 烧结前

5.2.1 外观

用目视法检查纳米合金复合低温浆料的外观。

5.2.2 粘度测试

按GB/T 17473.5的规定进行，平行取试料2份，使用旋转粘度计测定，转速设定在 $1 \text{ r/min}\sim 10 \text{ r/min}$ ，读数时间为2 min，取两次平行测试数值的平均值作为测定结果。

5.2.3 固含量测试

按GB/T 17473.1的规定进行，称取三份1g的试料，准确到0.0001 g，分别置于已恒重的2 mL瓷坩埚中，将装有试料的坩埚置于箱式电阻炉进行升温测试，取三份试料测试结果的算术平均值作为测定结果。

5.2.4 细度测试

按GB/T 17473.2的规定进行,取5份试样浆料,将浆料置于细度计上,用刮板从上至下刮动,根据槽中纵向条纹出现位置,目测确定颗粒的大小,5份测量试样读数取平均值,作为测量结果。

5.2.5 触变指数测试

按GB/T 17473.5的规定进行,平行取试样2份,使用旋转粘度计测定0.5 rpm/5 rpm条件下进行测试,取两次平行测试数值的平均值作为测定结果。

5.2.6 密度测试

按GB/T 4472-2011的规定进行,取3份试样浆料,使用密度瓶进行测试,取3份试样测试数值的平均值作为测定结果。

5.2.7 挥发物测试

取5份试样浆料,进行200 ℃,1 h的热处理测试,将测试后浆料减少的质量与测试前浆料的质量的比值百分比作为测试数据,取5份试样测试数据的平均值作为测定结果。

5.3 烧结后

5.3.1 方阻

按GB/T 17473.3的规定进行,用丝网印刷方式将浆料按指定图案印刷于陶瓷基片上,每个烧结试样分别在正反电流方向下各测量3次,取测试数据的平均值作为测定结果。

5.3.2 附着力测试

按GB/T 17473.4的规定进行,将铜线焊接在陶瓷基片上印烧好的浆料膜层图形(2 mm×2 mm,膜厚 $11\ \mu\text{m}\pm 2\ \mu\text{m}$)上,铜线垂直于基片表面弯折90°后,置于拉力试验机上,以一定的速度均匀地从基片上拉脱引线,用引线拉脱时力的平均值来表示浆料的附着力。

5.3.3 导热系数测试

按照GB/T 22588的规定进行,将浆料烧结制成圆片试样,典型圆片试样直径为6 mm~18 mm,最佳试样厚度取决于所估计的导热系数大小,薄圆片试样受高强度短时能量脉冲辐射,试样正面吸收脉冲能量使背面温度升高,记录试样背面温度的变化。

5.3.4 剪切强度测试

按照T/CASAS 018-2021的规定进行,取5份试样浆料,通过夹具将测试样品(烧结连接件)固定,被连接件(3 mm×3 mm)位于夹持面上方,通过推刀向被连接件的侧面施加推力,该推力随着推刀行程缓慢增加(增加的速度取决于剪切速度的设置),从而使被连接件与连接基体的结合面受到剪切力的作用。当推刀施加的推力足够大时,将使被连接件脱离连接基体。根据最大推力的值、被连接件和连接基体的结合面面积,计算出剪切强度。取5份试样剪切强度的平均值作为测定结果。

5.3.5 吸湿率测试

取10份浆料试样,烧结后的浆料层在85 ℃温度与85%相对湿度的双重环境应力下,持续500 h的测试,将测试后烧结浆料层的质量与测试前浆料的质量的比值百分比作为测试数据,取10份试样测试数据的平均值作为测定结果。

5.3.6 回流焊测试

烧结后的浆料层在260 ℃条件下进行回流焊测试,每次持续60 s,完成3次循环。

5.3.7 热应力测试

烧结后的浆料层在288 ℃条件下进行热应力测试、每次持续10 s、完成3次循环。

5.3.8 温度循环测试

烧结后的浆料层在-40℃~125℃进行高低温切换,每个极端温度保持30 min,并完成1000次循环。

6 检验规则

6.1 检验分类

纳米合金复合低温浆料的检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 检验项目

烧结前检验项目见表1。

表1 烧结前检验项目

序号	检验项目	要求章条号	检验方法
1	外观	4.1.1	5.2.1
2	粘度	4.1.2	5.2.2
3	固含量	4.1.3	5.2.3
4	细度	4.1.4	5.2.4
5	触变指数	4.1.5	5.2.5
6	密度	4.1.6	5.2.6
7	挥发物	4.1.7	5.2.7

烧结后检验项目见表1。

表2 烧结后检验项目

序号	检验项目	要求章条号	检验方法
1	方阻	4.2.1	5.3.1
2	附着力	4.2.2	5.3.2
3	导热系数	4.2.3	5.3.3
4	剪切强度	4.2.4	5.3.4
5	吸湿率	4.2.5	5.3.5
6	回流焊	4.2.6	5.3.6
7	热应力	4.2.7	5.3.7
8	温度循环	4.2.8	5.3.8

6.2.2 抽样方案

同一批次生产的纳米合金复合低温浆料,每批抽取3个样品进行检验。

6.2.3 判定规则

所有检验项目均符合4的要求,则该批产品判为合格。若有不合格项,应加倍抽样复检,仍不合格则该批产品判为不合格。

6.3 型式检验

6.3.1 检验时机

型式检验一般在下列情况下进行:

- 新产品试制或老产品转厂生产时;
- 产品的原料、工艺有较大改变,可能影响产品性能时;
- 产品长期停产后恢复生产时;

- 正常生产时，每年进行一次；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

6.3.2 检验项目

型式检验项目包括本标准第4章规定的所有项目。

6.3.3 抽样方案

在同一批次生产的纳米合金复合低温浆料中随机抽取5个样品进行检验。

6.3.4 判定规则

所有检验项目均符合4的要求，则该批产品判为合格。若有不合格项，应加倍抽样复检，仍不合格则该批产品判为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

纳米合金复合低温浆料的包装上应清晰标明以下内容：

- 产品名称；
- 规格；
- 生产日期；
- 批号；
- 净含量；
- 生产厂名及厂址；
- 贮存条件；
- 有效期。

7.2 包装

纳米合金复合低温浆料应采用密封良好的金属或塑料容器进行包装，包装规格根据用户需求确定，常用的包装规格有1 kg、5 kg、10 kg等。

7.3 运输

纳米合金复合低温浆料在运输过程中应轻装轻卸，避免剧烈震动和碰撞，防止包装破损。运输工具应保持清洁干燥，避免雨淋、日晒。

7.4 贮存

纳米合金复合低温浆料应在0℃~5℃的环境温度下密封贮存，相对湿度不大于60%。产品应避免与酸、碱等腐蚀性物质接触。在规定的贮存条件下，产品的有效期为6个月。